

7a

88-117358/17 A14
COMB PETROCH BORZES (CHCH-)
14.11.85-RO-120792 (30.12.87) C08f-02/10 C08f-126/10
Polyvinyl-pyrrolidone prepn. - with azo-di: (di:methyl-valero-nitrile)
initiator
C88-052917

A(2-A2, 4-D5)

PETR- 14.11.85
*RO --93-230-A

PVP is obtd. by polymerising the monomer in aq. soln. in the absence of 2,2'-azo-di: (2,4-di:methyl-valeronitrile) initiator at 60-75 deg.C. A polymer of increased heat resistance and of reduced residual monomer concn. is obtd.

Full Patentees: Comb Petroch Borzes: Inst. Chimic Chim Organic.

DERWENT PUBLICATIONS LTD.

BEST AVAILABLE COPY

REPUBLICA
SOCIALISTA
ROMANIA



CONSILIUL NAȚIONAL
PENTRU
ȘTIINȚĂ ȘI TEHNOLOGIE

OFICIUL DE STAT
PENTRU
INVENȚII ȘI MARCI

BREVET DE INVENȚIE ⁽¹⁸⁾ RO ⁽¹¹⁾ 93230

⁽¹²⁾ DESCRIEREA INVENȚIEI

(21) Cerere de brevet nr.: 120792

(22) Data înregistrării: 14.11.85

(31) Complementară la invenția
brevet nr.:

(45) Data publicării: 30.12.87

(86) Cerere internațională (PCT):
nr. data:

(87) Publicarea cererii internaționale:
nr. data:

(89)

(51) Int. Cl.⁴: C 08 F 2/10//
C 08 F 126/10

(30) Prioritate

(32) Data:

(33) Țara:

(31) Certificat nr.:

(71) Solicitant: Institutul de Cercetări Chimice, Centrul de Cercetări pentru Materiale Plastice, București

(73) Titular: Combinatul Petrochimic, Borzești, municipiul Gheorghe Gheorghiu-Dej

(72) Inventator: ing. Creangă Mihaela Rodica, dr. ing. Deaconescu Ion, ing. Stănescu Margareta,
București, ing. Băncilă Virgiliu, municipiul Gheorghe Gheorghiu-Dej, județul Bacău,
ing. Topciu Elena, Stane Aurelia, București

O. S. I. M.

COLECȚIA -- RU

Nr. inv. 53264

(54) Procedeu de obținere a polivinilpirolidonei

(57) Rezumat

Invenția de față se referă la un procedeu de obținere a polivinilpirolidonei, prin polimerizarea monomerului în soluție aposă, în prezență de 2,2' azo-di-(2,4-dimetilvaleronitril) drept ini-

tiator de polimerizare, la temperatura de 60... 75°C.

Se obține un polimer cu stabilitate mărită la temperatură și cu conținut mic de monomer rezidual.

5

BIBLIOTECA

BEST AVAILABLE COPY

Invenția de față se referă la un procedeu de obținere a polivinilpirolidonei.

Se cunosc procedee de obținere ale acestui polimer, utilizând drept inițiatori apă oxigenată și ca activator amoniac, azoizobutironitril, *tert*-butil peroxipivalat. Inițiatorul fie se adaugă în mai multe porții în cursul reacției de polimerizare, fie reacția se conduce la diverse trepte de temperatură, pentru a se asigura o conversie cât mai avansată și o durată mai mică a reacției. Solvenții cei mai utilizați sînt apa și alcoolii.

Scopul invenției este de a realiza un conținut scăzut de monomer rezidual și o stabilitate termică mărită.

Problema pe care o rezolvă invenția constă în stabilirea unor parametri optimi de reacție.

Invenția de față înlătură dezavantajele de mai sus, prin aceea că în mediul de polimerizare se introduc 0,09...0,22 părți în greutate față de N-vinilpirolidonă, 2,2'-azo-di-(2,4-dimetilvaleronitril) drept inițiator, la un raport apă : monomer de 3...5 : 1, iar reacția se conduce la temperatura de 60...75°C, preferabil 65...70°C, timp de 1,5...2,5 h.

În continuare se dau 6 exemple de realizare a procedurii :

Exemplul 1. Într-un reactor de sticlă de 1 l, cu manta, prevăzut cu dispozitiv de agitare eficace, cu refrigerent de reflux și termometru, se introduc 175 g N-vinilpirolidonă și 0,315 g 2,2'-azo-di-(2,4-dimetilvaleronitril)/pulbere albă, interval de topire 45...70°C, se agită timp de 15 min pentru completa dizolvare a inițiatorului, sub curent de azot. Apoi, se adaugă 525 g apă demineralizată. Amestecul de reacție se încălzește la 75°C sub curent de azot timp de 1,5 h, după care conținutul reactorului se răcește.

Soluția de polimer este omogenă, transparentă și conține 174,5 g polivinilpirolidonă, care are valoarea K de 80 (soluție 10% în apă distilată, la 20°C). Polivinilpirolidona separată prin uscare conține 0,04% monomer rezidual.

Exemplul 2. În aceeași instalație ca în exemplul 1 se introduc 116 g N-vinilpirolidonă și 0,16 g 2,2'-azo-di-(2,4-dimetilvaleronitril), se omogenizează timp de 5 min sub curent de azot, apoi se adaugă 580 g apă demineralizată. Amestecul de reacție se încălzește la 65°C sub curent de azot timp de 2,5 h, după care conținutul reactorului se răcește. Soluția de polimer este transparentă și conține 115,5 g polivinilpirolidonă, care are valoarea K de 88. Polivinilpirolidona separată prin uscare conține 0,05% monomer rezidual.

Exemplul 3. În aceeași instalație din exemplul 1, se introduc 130 g N-vinilpiro-

lidonă și 0,195 g 2,2'-azo-di-(2,4-dimetilvaleronitril), se omogenizează timp de 5 min sub curent de azot, apoi se adaugă 570 g apă demineralizată. Amestecul de reacție se încălzește la 60°C, sub curent de azot și se menține la temperatura de regim timp de 2,5 h. Apoi, conținutul reactorului se răcește. Soluția de polimer este transparentă și conține 129,3 g polivinilpirolidonă, care are valoarea K de 50. Polimerul uscat conține 0,04% monomer rezidual.

Exemplul 4. În aceeași instalație din exemplul 1 se introduc 146 g N-vinilpirolidonă și 0,13 g 2,2'-azo-di-(2,4-dimetilvaleronitril), se omogenizează 5 min sub curent de azot, apoi se adaugă 554 g apă demineralizată. Amestecul de reacție se încălzește la 65°C, sub curent de azot și se menține la temperatura de regim timp de 2,5 h. După răcire, soluția de polimer este omogenă și conține 145,3 g polivinilpirolidonă.

Polimerul uscat are valoarea K de 100 și conține 0,06% monomer rezidual.

Exemplul 5. În aceeași instalație din exemplul 1 se introduc 140 g N-vinilpirolidonă și 0,3 g 2,2'-azo-di-(2,4-dimetilvaleronitril); se omogenizează 10 min sub curent de azot, apoi se adaugă 560 g apă demineralizată. Amestecul de reacție se încălzește la 70°C, sub curent de azot, și se menține la temperatura de regim timp de 2 h, apoi conținutul reactorului se răcește. Soluția de polimer este omogenă și conține 139,2 g polivinilpirolidonă. Polimerul uscat are valoarea K de 75 și conține 0,05% monomer rezidual.

Exemplul 6. În aceeași instalație din exemplul 1 se introduc 175 g N-vinilpirolidonă și 0,99 g azoizobutironitril, se agită timp de 5 min sub curent de azot. Apoi, se adaugă 525 g apă demineralizată. Amestecul de reacție se încălzește la 75°C și se menține la temperatura de regim timp de 1,5 h, după care conținutul reactorului se răcește.

Soluția de polimer este transparentă, dar conține resturi de inițiator sub formă de suspensie fină. Înainte de separarea polimerului prin uscare, trebuie să se îndepărteze particulele insolubile prin filtrare. Acest lucru este dificil, deoarece soluția apoasă de polivinilpirolidonă rezultată din reacție este foarte viscoasă (40 000 cP).

Soluția de polimer conține 174,2 g polivinilpirolidonă, care are valoarea K de 80 și 0,30% monomer rezidual.

Conform invenției, reacția de polimerizare se conduce la temperatură constantă și nu prea ridicată, are o durată scurtă și, în final, se obține o soluție omogenă, cu un conținut redus de monomer rezidual.

Polimerul separat prin uscare se remarcă printr-o stabilitate termică și în timp foarte bună.

Utilizările acestui polimer sînt variate: ancolant pentru fibrele de sticlă și sintetice, stabilizator pentru suspensiile de coloranți, polimeri și cosmetice, liant în ceramică, auxiliar pentru detergenți etc.

Invenția de față prezintă următoarele avantaje :

— nu formează produse secundare insolubile în mediul de reacție și permite conducerea reacției la o temperatură nu prea ridicată;

— posibilitatea de a reduce consumul de energie și inițiator;

— obținerea unui polimer care se remarcă printr-un conținut redus de monomer rezidual și o bună stabilitate termică și în timp.

Revendicare

Procedeu de obținere a polivinilpirolidonei cu valoare K, cuprinsă între 50 și 100, prin polimerizare în soluție apoasă și în prezență de catalizatori, caracterizat prin aceea că, în mediul de polimerizare se introduce 0,09...0,22 părți în greutate față de N-vinilpirolidonă, 2,2'-azo-di-(2,4-dimetilvaleronitril) drept inițiator, la un raport apă : monomer de 3...5 : 1, iar reacția se conduce la temperatura de 60...75°C, preferabil 65...70°C, timp de 1,5...2,5 h.

(56) Referințe bibliografice

Brevet R.S.R. nr. 68880

Chemical Abstracts vol. 75 ; 98839, b

Președintele comisiei de invenții : ing. Voicu Alexandra

Examinator : chim. Novac Maria